

метру убыли из золя») и значительные изменения, произошедшие в слое за выбранное время t_k , очевидно, нельзя гарантировать, что приведенные значения отвечают равновесному состоянию поверхности по параметру ζ . Результаты не выявляют также конкретный ход превращений. Для ответа на вопрос о конкретном ходе процессов превращения и вероятном конечном составе поверхностного слоя модифицированного гидроксидом феррита следует продолжить данное исследование, но в плане изучения кинетики изменения ζ -потенциала во времени t_k .

Summary

The decreases of the Fe(III)- and Ni(II)-hydroxides quantities in their colloidal sols during the contact of the sols and fine-dispersed powder of Ni-ferrite and the alterations of electrokinetical potentials (ζ) of particles of the Ni-ferrite dispersion after fixed relatively short contact time have been studied experimentally. The decrease of the hydroxides quantities from the sols occurred with the great velocity and efficiency. The results of the ζ measuring have pointed on the substantial influence of the molecular field of the ferrite surface on the state and the composition of the substance corresponded to hydroxides in the first contact moment.

Литература

1. Шукин Е. Д., Нерцов А. В., Амелина Е. А. Коллоидная химия. М., 1982.
2. Дерягин Б. В., Чураков Н. В., Муллер В. М. Поверхностные силы. М., 1985.
3. Рабкин Л. И., Соскин С. А., Эпштейн Б. Ш. Ферриты. Л., 1968.
4. Шуткевич В. В., Грибанова Е. В., Тихомолова К. П. Коллоидно-химические исследования ферритов и ферритообразующих оксидов. М., 1987.
5. Park G. A. // Chem. Rev. 1965. Vol. 65, N 2. P. 177—198.
6. Павлов Г. Д., Пятунин М. Д., Радченко М. П. Анализ методов получения ферритовых порошков и сырьевых материалов для них. М., 1989.
7. Ходаков Г. С. Физика измельчения. М., 1972.
8. Чернобережский Ю. М., Дердулла В. И. // Электро-поверхностные явления в дисперсных системах / Отв. ред. П. А. Ребиндер. М., 1972. С. 34—37.
9. Baes C. F., Mesmer R. E. Hydrolysis of cations. New York, 1976.
10. Лабораторные работы и задачи по коллоидной химии / Отв. ред. Ю. Г. Фролов, А. С. Гродский. М., 1986.
11. Марченко Р. Фотометрическое определение элементов. М., 1971.
12. Григоров О. Н. Электрокинетические явления. Л., 1973.

Статья поступила в редакцию 10 ноября 1994 г.

УДК 543.70

Вестник СПбГУ. Сер. 4. 1995, вып. 3 (№ 18)

М. Ф. Григорьева, Р. Ж. Жоссе, Л. Н. Москвин, А. В. Калямин

ФОРМЫ СУЩЕСТВОВАНИЯ ИОНОВ ВАНАДИЯ В ВОДАХ Р. НЕВЫ И ЕЕ ПРИТОКОВ

Миграционная подвижность тяжелых металлов в водных экосистемах и степень токсического воздействия на биоорганизмы в существенной мере зависят от формы их существования в природных водах. Одним из широко распространенных загрязнителей природных вод является ванадий. Хотя ПДК для этого металла в природных водах сравнительно высока (0,1 мг/л), многие его соединения токсичны и оказывают разнообразное и часто весьма сильное действие на организм [1]. Поэтому для корректной оценки качества воды и прогноза миграции ванадия в водных экосистемах нужна информация о формах его существования.

Для понимания закономерностей миграции ванадия необходимы данные о трансформации его химических форм в водных экосистемах при переходе от источников загрязнения к воде открытых водоемов. В настоящей работе предпринята попытка идентифицировать формы

существования ванадия и проследить направление их трансформации в водных экосистемах.

Выбранная схема исследований предусматривала изучение форм существования ванадия в сбросных и природных водах с различным уровнем загрязненности минеральными и органическими примесями. Кроме того, принимались во внимание степень разведения и удаленность исследуемых акваторий от источников загрязнения. В качестве наиболее типичных антропогенных источников загрязнений ванадием рассматривались сбросные воды предприятий теплоэнергетики, работающих на разных видах топлива: Сланцевской ГРЭС (сланцы Кохтла-Ярве), С.-Петербургской ТЭЦ-17 (угли Кузбасса) и Омской ТЭЦ (угли Экибастуза). Объектами исследования природных вод явились: р. Нева, один из ее рукавов — р. Смоленка и ее приток — р. Охта. Скорость течения в р. Смоленке значительно меньше, чем в Неве, поэтому ее воды собирают значительно больше городских стоков. Большему концентрированию городских стоков в р. Смоленке способствует также ее маловодность. Воды р. Охты, берущей начало на Карельском перешейке, акумулируют болотные стоки и содержат гуминовые и фульвовые кислоты природного происхождения в концентрациях, во много раз превышающих их концентрацию в р. Неве. Кроме того, вода р. Охты существенно загрязнена промышленными стоками.

Схема анализа включает выделение фракций различных форм ванадия методами фильтрации, электродиализа, электромиграции и гель-хроматографии с последующим спектрофотометрическим определением его в каждой из выделенных фракций.

Экспериментальная часть. Пробы природных вод отбирались одновременно в летний период при отсутствии дождей, что исключает случайные отклонения от равновесия в исследуемых экосистемах. В качестве «сбросных вод» рассматривались модельные растворы, соответствующие по составу водным стокам систем гидроизолоудаления на тепловых электростанциях. Их готовили взвалтыванием 50 г золы с соответствующей теплостанции с 500 мл дистиллированной воды в течение 15 мин. Приготовленный таким образом раствор по составу аналогичен сбросным водам гидроизолоудаления с точностью до уровня минерализации исходной воды.

Определение ванадия в водных растворах выполняли спектрофотометрическим методом по реакции с реагентом Невазол НС [2]. Оптическую плотность измеряли на спектрофотометре фирмы «Хитачи» 130-UV-VIS. Ошибка определения ванадия во всех случаях не превышала 10 %.

Поскольку речные воды в своем составе содержат различные твердые частицы типа песка, ила, органических остатков, размеры которых достаточно велики, предварительно пробы пропускали через бумажный фильтр «синяя лента», отделяя таким образом «грубую фракцию». Переведение ванадия из грубой фракции в раствор осуществляли сжиганием фильтров с осадком в муфельной печи, затем полученный осадок смешивали с навеской смеси буры и соды, добавляли несколько кристаллов нитрата калия или сплавляли при температуре 1000 °C. Плав выщелачивали небольшим количеством соляной кислоты (1 : 1). Полученный раствор переносили в мерную колбу вместимостью 100 мл, разбавляли до метки водой и тщательно перемешивали. Затем определяли ванадий, содержащийся в грубой фракции [3].

Следующей стадией фракционного анализа было отделение более тонких взвесей от условно растворенных форм по традиционной схеме: пропуская через фильтры «Владипор» № 5 с диаметром пор 0,45 мкм [4]. Для переведения этой тонкой фракции в раствор осадок на ультрафильтре обрабатывали при нагревании горячей соляной кислотой, полученный раствор переносили в мерную колбу вместимостью 50 мл, разбавляли до метки дистиллированной водой и перемешивали. Затем устанавливали количество ванадия, находившееся в тонкой фракции.

В растворе, полученном после фильтрации через ультрафильтры № 5, содержатся условно растворенные вещества. Присутствующие в природных водах гуминовые и фульвокислоты, а также другие органические вещества, способные к реакциям комплексообразования с ванадием, препятствуют определению ванадия спектрофотометрическим методом. Для установления количества ванадия, находящегося в форме ванадийорганических соединений, для их деструкции фильтрат обрабатывался по методу «мокрого сжигания» [5]. Концентрация ванадия в растворе после обработки по этому методу [V]_и * соответствовала суммарному содержанию в нем ванадийорганических и лабильных неорганических форм.

Таким образом, суммарную концентрацию ванадия в природной воде $[V]_{\text{общ}}$ можно представить следующим образом:

$$[V]_{\text{общ}} = [V]_{\text{г. ф}} + [V]_{\text{т. ф}} + [V]_{\text{неорг}} + [V]_{\text{орг}},$$

где $[V]_{\text{г. ф}}$ и $[V]_{\text{т. ф}}$ — содержание ванадия в грубой и тонкой фракциях взвесей соответственно; $[V]_{\text{неорг}}$ — содержание лабильных неорганических форм ванадия; $[V]_{\text{орг}}$ — содержание ванадия в форме металлоорганических соединений.

Так как, с одной стороны, ванадий(V) и ванадий(IV) являются устойчивыми формами по отношению к кислороду воздуха, а с другой — известна способность ванадия(V) к восстановлению до четырехвалентного состояния различными органическими соединениями, разумно было предположить, что в природных водах ванадий может присутствовать в обеих степенях окисления. Для определения доли ванадия в различных степенях окисления содержание неорганических лабильных форм ванадия(V) находили в аликвотной пробе фильтрата экстракционно-фотометрическим методом с салицилгидроксамовой кислотой при $\lambda = 330$ нм [6]. Ванадий(IV) в этих условиях не экстрагируется, и его содержание устанавливали, окисляя ванадий(IV) в водной фазе до ванадия(V) после извлечения комплекса ванадия(V) с салицилгидроксамовой кислотой.

Определение знака заряда ионов ванадия проводили методами электродиализа и электромиграции, совместное применение которых дает возможность наряду с разделением по знаку заряда оценить распределение металла между низко- и высокомолекулярными формами одного знака заряда. Для электродиализа использовали пятикамерный электродиализатор с целлофановыми мембранными диаметром пор 4—17 нм. Исследуемый раствор помещали в среднюю камеру, а остальные камеры заполняли 0,05 моль/л раствором нитрата калия. Диализ осуществляли при силе тока 150 мА и при напряжении 50 В в продолжение 1,5 ч.

Для метода электромиграции использовали ячейку в виде U-образной трубки с тремя кранами (рис. 1). В нижней части трубы помещали исследуемую пробу, в колена трубы при закрытых кранах наливали 0,05 моль/л раствор нитрата калия, и после выравнивания уровней с помощью крана в перемычке боковые краны открывали и разделяли заряженные формы при силе тока 70 мА и напряжении 200 В в течение 1 ч. После окончания электродиализа и электромиграции анализировали растворы на содержание ванадия в анодном (анолит) и катодном (католит) пространствах и в центральной камере.

Фракционный анализ по молекулярной массе комплексных соединений проводили методом гель-хроматографии. Для этой цели использовали колонку с полидексстроновым гелем Софадекс I-25 диаметром 1,5 см и высотой столба геля 45 см. Свободный объем колонки составлял 35 мл, общий объем водного раствора в колонке — 74 мл. Для определения свободного объема колонки применяли растворимый крахмал, для построения градуировочного графика — растворы полистиленгликолов разной молекулярной массы. Ванадий в речной воде предварительно концентрировали вымораживанием [7] в полистиленовом сосуде. Элюирование проводили раствором хлорида калия. Фракции элюата собирали по 4 мл, в которых фотометрически находили содержание органических веществ (при $\lambda = 232$ нм) и ванадия. Сорбировавшийся в слое геля ванадий извлекали промыванием колонки 0,12 моль/л раствором соляной кислоты.

Результаты и их обсуждение. Как видно из табл. 1, содержание ванадия в воде р. Охты, питаемой в основном грунтовыми водами Каельского перешейка, значительно выше, чем в водах Невы и Смоленки, несущих маломинерализованные воды Ладожского озера. Это свидетельствует о достаточно малом уровне постоянного загрязнения невской воды за счет стоков в городе и пригородной черте. В грубую фракцию взвешенных частиц попадает очень незначительная часть мигрирующего в речных водах ванадия. В р. Охте около половины всего

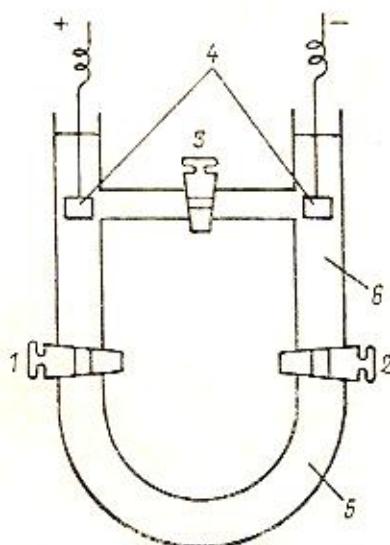


Рис. 1. Ячейка для проведения опытов по электромиграции.
1—3 — краны; 4 — платиновые электроды;
5 — анализируемый раствор; 6 — раствор 0,05 моль/л азотнокислого калия.

Таблица 1. Распределение ванадия между взвешенными частицами и растворенными формами

Объект исследования	Содержание ванадия, мкг/л					
	[V] _{общ.}	[VI] _{г. ф.}	[VI] _{г. ф.}	[VI] _{м. ж.}	[VI] _{неорг}	[VI] _{орг}
		Взвешенные частицы		Растворенные формы		
р. Охта	22,30	0,031	7,16	14,83	6,47	1,90
р. Нева	3,86	0,006	0,08	3,77	1,80	1,07
р. Смоленка	2,42	0,078	0,02	2,32	1,00	0,15
Сланцевская ГРЭС	432,20	263,9	50,9	108,5	108,5	0,0
Омская ТЭЦ	423,9	250,6	127,4	154,9	154,9	0,0
С.-Петербургская ТЭЦ-17	379,4	91,7	85,6	202,1	201,6	0,0

содержащегося в воде ванадия находится в составе тонкой взвеси — в коллоидных и близких к ним по размерам частицах, удерживаемых на микропористых фильтрах. В водах Невы и Смоленки ванадий в тонкой фракции отсутствует. Это можно объяснить тем, что тонкая фракция р. Охты содержит тонкую взвесь органического вещества болот, на которой растворенный ванадий сорбируется, образуя комплексные соединения с активными группами гуминового вещества. Значительная часть ванадия в водах Невы и Охты входит в состав прочных металлоорганических соединений и не взаимодействует с реагентом Невазол НС, и фотометрическое определение его становится возможным только после деструктурирования этих соединений (табл. 1).

В исследуемых речных водах в основном находится в виде ванадия(IV) (табл. 2), количество ванадия(V) составляет около 15 % от общего содержания его в условно растворенной форме. Очевидно, кон-

Таблица 2. Валентное состояние ванадия в водах рек и систем гидроузлаудаления

Объект исследования	Доля от общего содержания ванадия, %	
	Ванадий (IV)	Ванадий (V)
р. Нева	89	11
р. Смоленка	87	13
р. Охта	82	18
Сланцевская ГРЭС	3	97
Омская ТЭЦ	1,5	98
С.-Петербургская ТЭЦ-17	0,0	100

центрация органического вещества в водах рек оказывается достаточной для восстановления его большей части.

Как следует из табл. 3, содержание ванадия в центральной камере, найденное методом электродиализа, выше, чем полученное методом электромиграции, который дает более высокое содержание ванадия в анализе и католите. Отсюда можно сделать вывод, что в растворе имеются заряженные ионы достаточно большого размера, которые не могут свободно проникать сквозь поры целлофановой мембранны при электродиализе. Используя данные табл. 3, можно рассчитать количество ванадия в нейтральной форме, а также содержание низко- и высокомолекулярных анионов и катионов. Последнее определяется по

Таблица 3. Распределение в водах ионов ванадия по знаку заряда
(% от общего содержания)

Объект исследования	Метод	Анолит, C^a	Католит, C^k	Центр. камера, C^c
р. Охта	Электромиграция	0,0	67,8 ± 6,0	27,0 ± 2
	Электродиализ	0,0	74,2 ± 7,0	25,5 ± 3
р. Нева	Электромиграция	25,3	51,6	21,1
	Электродиализ	21,5	33,8	43,8
р. Смоленка	Электромиграция	35,0	38,0	26,0
	Электродиализ	35,0	38,0	29,9
С.-Петербургская ТЭЦ-17	Электромиграция	88,5 ± 0,2	0,0	11,6 ± 0,2
	Электродиализ	77,6 ± 0,3	0,0	22,4 ± 0,3
Сланцевская ГРЭС	Электромиграция	84,3 ± 0,3	0,0	15,5 ± 0,1
	Электродиализ	78,8 ± 0,1	0,0	21,2 ± 0,2
Омская ТЭЦ	Электромиграция	91,0 ± 0,4	0,0	8,7 ± 0,2
	Электродиализ	83,1 ± 0,3	0,0	16,8 ± 0,3

распределению ионов в методе электромиграции ($C_{\text{эм}}^a$ или $C_{\text{эм}}^k$), а высокомолекулярных заряженных форм — по разности ($C_{\text{эм}} - C_{\text{эд}}$) содержания ванадия в католите и анолите. Разность количеств ванадия, оставшегося в центральных камерах после окончания электромиграции и электродиализа, соответствует суммарному содержанию ванадия в виде высокомолекулярных заряженных форм. Как видно из табл. 4, результаты определения содержания высокомолекулярных форм указанными методами хорошо согласуются между собой. Ванадий в форме высокомолекулярных ионов (как положительно, так и отрицательно заряженных) присутствует только в воде Невы, в водах Охты и Смоленки такие ионы не обнаружены.

Приведенные в табл. 3 и 4 результаты относятся к растворенному ванадию безотносительно степени его окисления. Для воды р. Охты,

Таблица 4. Распределение истинно растворенного ванадия по формам существования (%)

Объект исследования	Нейтраль- ные молекулы	Анионы		Катионы		$\Sigma_{\text{высоко-молек.}}$ $C_{\text{эд}} - C_{\text{эм}}$ (центр. ка- мера)
		низко- молек.	высоко- молек.	низко- молек.	высоко- молек.	
р. Охта	27,0	0,0	0,0	74,2	0,0	0,0 0
р. Нева	21,2	21,6	4,0	33,9	17,8	21,6 22,8
р. Смоленка	26,0	35,0	0,0	38,0	0,0	0,0 4,0
С.-Петербургская ТЭЦ-17	11,5	77,6	9,9	0,0	0,0	9,9 10,9
Сланцевская ГРЭС	15,4	78,8	5,5	0,0	0,0	5,5 5,8
Омская ТЭЦ	8,6	83,1	7,9	0,0	0,0	7,9 8,1

где концентрация ванадия достаточно велика, было изучено распределение его ионов по знаку заряда методом электродиализа для разной степени его окисления. Как оказалось, ванадий существует в разных заряженных формах: ионы ванадия(IV) — в катионной, а ионы ванадия(V) — в анионной (табл. 5).

На рис. 2 приведены хроматограммы ванадия и органического вещества, полученные при гель-хроматографировании воды р. Охты. Ванадий в элюате обнаруживается в двух зонах, которые по своему положению

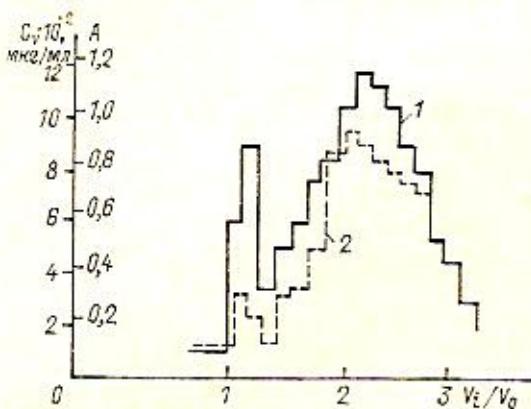


Рис. 2. Гель-хроматограмма воды р. Охты (колонка Сефадекс Г-25).

1 — зависимость содержания ванадия в элюате от соотношения объемов V_t/V_0 ; 2 — зависимость оптической плотности элюата при 235 нм от соотношения V_t/V_0 .

жению полностью совпадают с зонами органического вещества. Это обстоятельство дает возможность предполагать, что ванадий входит в состав соединений с органическими лигандами. Первая зона ванадия появляется сразу за свободным объемом колонки, и размер включающих ванадий молекул в ней равен или превышает размер, характеризующий предел исключения геля (полиэтиленгликоль с $M=6000$). Вторая зона, размытая, начинается в области, соответствующей низкомолекулярным соединениям, и продолжается за пределы области эксклюзионной хроматографии. Такой характер говорит о наличии обратимого сорбционного взаимодействия соединений ванадия с гелем. Часть ванадия сорбируется в колонке необратимо и извлекается лишь при промывании колонки 0,12 моль/л раствором соляной кислоты. При гель-хроматографировании воды р. Невы наблюдаются только две фракции ванадия — обратимо и необратимо сорбируемые на геле (табл. 6). Высокомолекулярная фракция в невской воде отсутствует. Сравнение распределения ванадия в водах Невы и Охты при гель-хроматографировании и по разнозаряженным формам (см. табл. 4) позволяет отождествлять обратимо сорбируемые комплексы ванадия с низкомолекулярными катионными формами.

В модельных растворах сбросных вод гидроэзолов удаления теплоэлектростанций количество ванадия достаточно велико (см. табл. 1), и

Таблица 5. Распределение ванадия по степени окисления и знаку заряда при электродиализе воды р. Охты (мкг/л)

Степень окисления	Аниолит	Католит	Центральная камера
Ванадий(IV)	0,0	4,4 ± 0,3	1,0 ± 0,1
Ванадий(V)	0,3 ± 0,02	0,0	0,8 ± 0,1

*Таблица 6. Распределение ванадия
при гель-хроматографировании на колонке с Сефадексом Г-25
(% от общего содержания)*

Фракция	р. Охта	р. Ирса
Высокомолекулярная	15	—
Обратимо сорбируемая	77	35
Необратимо сорбируемая	8	65

практически весь ванадий находится в виде ванадия(V) (см. табл. 2). Содержание ванадия и характер его распределения мало зависят от происхождения топлива. В составе взвешенных частиц ванадий присутствует как в грубой, так и в тонкой фракциях. Условно растворенный ванадий в большей части существует в анионной форме, причем наблюдается присутствие полианионов (см. табл. 3, 4), и небольшая часть оказывается в нейтральной форме.

Следовательно, общее содержание ванадия в исследуемых пробах Невского бассейна невелико и почти такое же, как в водохранилищах европейской части России (1,2—2,9 мкг/л [8]). Это позволяет предположить, что отсутствуют существенные загрязнения вод ванадием из промышленных стоков и поступление его в воды Невского бассейна происходит за счет выщелачивания из почвы поверхностными водами. Воды Невы и Смоленки близки по характеру распределения ванадия. Его содержание в составе взвешенных частиц составляет около 25 % от общего. Условно растворенный ванадий присутствует в виде нейтральных, анионных и катионных форм в близком соотношении в воде р. Смоленки и с несколько повышенным относительным содержанием катионных форм в воде р. Невы. В отличие от р. Смоленки в невской воде имеет место довольно значительное присутствие ванадия в форме высокомолекулярных полианионных и поликатионных форм; около 1/3 всего растворенного ванадия находится в виде прочных металлоорганических соединений в катионной форме, которые не могут быть определены фотометрическим методом без предварительной деструкции. Наблюдаемые различия вод Невы и Смоленки можно объяснить неодинаковым характером попадающих в них городских стоков.

Количество ванадия в воде р. Охты значительно выше, и формы его существования отличны по характеру распределения по сравнению с невской водой, что обусловлено разным их составом. Половина содержащегося в охтенской воде ванадия находится в составе тонкой фракции, заметная часть связана в прочные, фотометрически не определяемые металлоорганические соединения неустановленного состава, меньшая часть — в форме нейтральных комплексов, доля анионных форм очень мала и определяется низким содержанием ванадия(V). В основном в исследованных речных водах обнаружен ванадий(IV).

Состояние антропогенного ванадия, попадающего в воды рек из городских стоков, связано с их состоянием в конкретных промышленных районах. Так, первичная миграция из районов сброса зольных отходов тепловых электростанций происходит в форме анионов ванадия(V), дальнейшая трансформация которых будет зависеть от содержания гуминовых и других органических веществ в поверхностных водах и водах открытых водоемов, куда проникают загрязняющие стоки.

Summary

The scheme of vanadium ions speciations for natural and waste waters is described. The scheme is based upon combination of electrochemical and photometric methods. The scheme was applied in the analysis of the Neva river water and the heat supply stations waste waters.

Литература

1. Muzzarelli R. A. A. // Anal. Chim. Acta. 1974. Vol. 70, N 2. P. 283—289.
2. Басаргин Н. Н., Яковлев П. Я., Бусев А. И., Занина И. А. // Зав. лаб. 1969. Т. 35, № 4. С. 411—414.
3. Попомарев А. И. Методы химического анализа силикатных и карбонатных горных пород. М., 1961.
4. Товарицкий В. И., Глухарев Г. П. Ультрафильтры и ультрафильтрация. М., 1951.
5. Быкова Е. Л., Никитина И. Б. // Геохимия. 1966. № 10. С. 1258—1261.
6. Слесарь Н. И. Разработка методов определения ионов ванадия(III, IV, V) с помощью реагентов группы оксимов и гидроксамовых кислот: Автореф. канд. дис. Л., 1982.
7. Линник П. И., Набиванец Б. И. Методические рекомендации по определению форм миграции ионов металлов в природных водах. Киев, 1980.
8. Голиадзе Н. С., Лория Н. В., Супатошиби Г. Д. // Сообщ. АН Груз. ССР. 1975. Т. 80, № 2. С. 397—400.

Статья поступила в редакцию 11 октября 1994 г.

УДК 543.426

Вестник СПбГУ. Сер. 4, 1995, вып. 3 (№ 18)

Д. Б. Гладилович, Н. Н. Григорьев

ЛЮМИНЕСЦЕНТНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЯДА МЕТАЛЛОВ В ВОДАХ РАЗЛИЧНОГО НАЗНАЧЕНИЯ

Люминесцентный анализ благодаря высокой чувствительности, экспрессности и простоте приборного оформления широко применяется для определения неорганических и органических веществ. Основными объектами до недавнего времени были вещества высокой степени чистоты, руды, минералы и сплавы [1, 2]. Значительно реже люминесцентный метод использовался для анализа объектов окружающей среды, в частности воды. Это связано, на наш взгляд, с целым рядом причин: сложным и неизвестным составом исходной пробы, возможностью варьирования состава проб в широких пределах.

При определении содержания многих металлов в воде возникают проблемы консервации проб и связанный с этим зачастую необратимой их трансформации, а также пробоподготовки, обязательным и существенным элементом которой является разрушение органических веществ, присутствующих в пробе. В литературе нет единого мнения о способах консервации проб, однако основным следует считать подкисление до pH 1,5 азотной или соляной кислотой [3, 4]. После консервации срок хранения пробы — до 3 месяцев. Значительно реже используется охлаждение проб в холодильнике [3], поскольку допустимый срок хранения пробы всего несколько дней. Однако в любом случае перед началом выполнения анализа пробу необходимо подкислять до pH 1,5—2,0.

Кроме того, дискуссионным является вопрос о целесообразности фильтрования всех, в том числе гомогенных, проб и о том, должны ли производиться консервация проб и разрушение органических веществ до фильтрования или после него.

Нами рекомендуется следующая последовательность проведения операций: сначала отбор и консервация проб, желательно с самого начала, затем фильтрование (беззольный фильтр «синяя лента» или мембранный фильтр) и разрушение при необходимости органических веществ. На примере алюминия было установлено (табл. 1), что потеря определяемого элемента практически не наблюдается; результаты хорошо воспроизводимы. В то же время при фильтровании проб до подкисления обнаружены потери алюминия.

Разрушение органических веществ необходимо, как правило, при анализе природных и сточных вод, поскольку в этих объектах необ-

© Д. Б. Гладилович, Н. Н. Григорьев, 1995.